Energy, Mines and Resources Canada | Énergie, Mines et Ressources Canada

CANMET

Canada Centre for Mineral and Energy Technology | Centre canadien de la technologie des minéraux et de l'énergie

POSSIBILITÉS DE FRACTOGRAPHIE STÉRÉOLOGIQUE AUX LRMP

J. BOUTIN
ENGINEERING & METAL PHYSICS

OCTOBRE 1984

This document is an unedited [illegible] prepared primarily [illegible] (CANMET)

Ce document est un rapport [illegible] de documentation [illegible] l'énergie (CANMET)

PROGRAMME DE RECHERCHE EN MINÉRAL[illegible]

MICROMEDIA

31 pp + \

LABORATOIRES DE RECHERCHE EN MÉTALLURGIE PHYSIQUE

RAPPORT: PRM/LRMP 84-59F(TR)

LABORATOIRES DE RECHERCHE EN MÉTALLURGIE PHYSIQUE
RAPPORT PRM/LRMP 84-59F(TR)

POSSIBILITÉS DE FRACTOGRAPHIE STÉRÉOLOGIQUE AUX LRMP

par

J. Boutin

RÉSUMÉ

Nous décrivons la technique que nous avons développée pour évaluer le relief à la surface de rupture de plusieurs aciers. La technique utilise le microscope électronique à balayage et le stéréo-comparateur pour évaluer le relief point par point à partir de deux micrographies stéréoscopiques. Il serait nécessaire d'améliorer la prise des micrographies au microscope à balayage qui semble être une source considérable d'erreurs sur les valeurs du relief. Néanmoins, une évaluation succincte de la largeur de la zone d'étirement montre que la technique peut être extrêmement intéressante.

PHYSICAL METALLURGY RESEARCH LABORATORIES
MRP/PMRL 84-59F(TR)

by

J. Boutin

ABSTRACT

The technique developed to measure the relief of the fractured areas of several steels is described. The technique uses a scanning electron microscope and a stereo-comparator to evaluate relief, point wise, from two stereomicrographs. It is necessary to improve the process used to obtain micrographs in the scanning electron microscrope as it seems to be a source of large error in the measurement of relief values. Nevertheless, a rough evaluation of the stretch zone width shows that the technique can be extremely interesting.

TABLE DES MATIÈRES

		Page
Introduction		1
Section I:		
I.1	La perception du relief et la mesure du parallaxe ..	3
I.2	Technique utilisée au microscope électronique à balayage (MEB)	3
I.2.1	Comment obtenir un effet stéréoscopique	3
I.2.2	La précision des mouvements du porte-échantillon du MEB	6
I.2.3	La précision du grossissement	8
I.2.4	Mesure et précision de la distance principale	9
I.2.5	Modification du porte-échantillon du Cambridge Mark II, série 300	11
I.2.6	Distorsions	13
Section II:		
II.1	Mesures expérimentales	16
II.2	Résultats	20
Conclusion		23

INTRODUCTION

Le but de ce projet était initialement de relier des paramètres obtenus par métallographie quantitative à la surface polie d'échantillons, tels la taille et la répartition des inclusions, à des paramètres macroscopiques d'énergie de rupture comme le proposent Rice et Johnson (1). Cependant, entre une surface polie pour analyse métallographique et une surface de rupture ductile, il existe le processus de la rupture, que l'on comprend encore mal. On a déjà proposé plusieurs modèles décrivant l'initiation et la croissance de cupules à partir d'inclusions non-métalliques en fonction de leur taille, leur forme et leur distribution et en fonction de l'état des contraintes en tête de fissure. Malheureusement, ce ne sont encore que des modèles théoriques basés sur des observations qualitatives.

Ainsi, s'il était possible de quantifier les surfaces de rupture, c'est-a-dire de mesurer des paramètres géométriques et de les relier d'une part aux paramètres d'énergie de rupture et d'autre part aux paramètres obtenus par la métallographie quantitative, cela reviendrait à accroître notre compréhension du processus de rupture.

On en vient donc à parler de fractographie quantitative. Le terme fractographie est généralement compris comme étant l'étude des surfaces de rupture. Cependant, jusqu'à présent, il est possible d'apprécier les surfaces de rupture seulement du point de vue qualitatif; on dit que la surface est ductile ou fragile. On compare les surfaces de rupture les unes avec les autres et on réussit à déterminer des classes, que l'on associe tant bien que mal à des paramètres quantitatifs d'énergie comme l'énergie Charpy et l'intégrale J. Le fait de placer des chiffres décrivant les formes, les figures et le relief des surfaces non-planes, permettrait peut-être de comprendre d'avantage le comportement des aciers lors de la rupture.

En fait, très peu de travaux ont été faits sur la quantification des surfaces non-planes. Un seul auteur, El-Soudani (2,3) s'est attardé à développer théoriquement quatre paramètres géométriques permettant de caractériser le relief d'un profil. Il a également repris quelques théorèmes de stéréologie proposés par Underwood (4) permettant de montrer qu'un profil est statistiquement équivalent à la surface qui le contient.

Notre travail a porté sur trois différents aspects. En premier lieu, on a dû recueillir l'information en commençant par la prise de micrographies de surfaces de rupture d'acier au microscope électronique à balayage suivi d'un traitement manuel au stéréo-comparateur afin de définir le relief point par point de plusieurs profils. Nous décrivons à la section I du présent rapport la technique utilisée pour l'acquisition de micrographies stéréoscopiques qui produiront l'effet d'image en 3-dimensions nécessaire pour mesurer le parallaxe au stéréo-comparateur. La technique du stéréo-comparateur est très bien connue et nous nous sommes limités à une description rapide.

Deuxièmement, on a développé sur ordinateur les algorithmes permettant d'évaluer les paramètres géométriques des profils tels que décrits par El-Soudani (2,3). La description de ces paramètres ainsi que les algorithmes les évaluant ne sont pas présentés dans ce rapport puisqu'il s'agit d'un travail déjà très explicitement présenté par El-Soudani (2,3).

Et troisièmement, nous avons tenté de relier ces paramètres géométriques des profils aux notions métallurgiques. Ce troisième et dernier aspect bien qu'il soit en fait le plus intéressant a été le moins exploité par manque de temps. Cependant, nous présentons à la section II l'évaluation de la longueur de la zone d'étirement (SZW) en utilisant les profils de surface de rupture que nous avons évalués par notre technique.

Naturellement, il reste encore beaucoup de travail à faire pour s'assurer de la validité de la technique, mais ce travail en démontre néanmoins la faisabilité.

SECTION I

I.1 La perception du relief et la mesure du Parallaxe

La perception d'un relief en 3-dimensions (3D) est possible lorsqu'on observe à travers un binoculaire deux photos d'une même région, prises sous des angles différents.

Chacune de ces deux photos ou deux micrographies est l'image projetée dans un plan de traits physiques de l'espace en 3D. L'orientation relative de ces traits de l'espace en 3D avec le plan de la micrographie détermine leur longueur sur la micrographie. Plus l'angle entre un trait en 3D et son plan de projection est faible, plus la longueur de la projection de ce trait dans le plan se rapproche de sa longueur vraie dans l'espace et vice-versa. La différence mesurée entre deux longueurs de projection d'un même trait ayant occupé dans l'espace deux positions à angles différents par rapport au plan de projection des deux micrographies est appelée la longueur du PARALLAXE. Cette longueur du parallaxe permet de calculer à l'aide d'équations géométriques les dimensions exactes du trait en 3D. Ceci est exactement ce que nous voulons obtenir.

I.2 Technique utilisée au Microscope Electronique à Balayage (MEB)

I.2.1 Comment obtenir un effet stéréoscopique

Il existe deux méthodes pour produire à partir de deux micrographies un effet stéréoscopique (4,5).

La première méthode consiste à déplacer l'échantillon observé dans un mouvement de translation

selon un des axes X ou Y. Cette technique peut être utilisée seulement à faibles grossissements (G < 50X) parce que la surface correspondante sur les deux micrographies diminue lorsque le grossissement augmente (5).

La deuxième méthode, que nous avons utilisée, consiste à incliner l'échantillon. Elle possède deux avantages importants sur la méthode de translation; elle peut être utilisée à tous les grossissements et la surface correspondante sur les deux micrographies est plus grande.

Dépendant du grossissement, l'angle d'inclinaison entre les deux micrographies doit varier de 5° à 10° (4). Boyde (5,7) propose d'utiliser 8° et nous avons utilisé 10°. Une plus grande différence de l'angle d'inclinaison entre les deux micrographies donne un plus grand effet de profondeur ou accentue le relief, ce qui permet de mesurer plus facilement le parallaxe. Par contre un plus grand angle d'inclinaison introduit plus de distorsion et fait en sorte que certains détails sur la surface deviennent cachés par d'autres produisant des discontinuités dans l'image perçue en 3D.

En général, lorsque l'échantillon est incliné à la suite de la prise d'une première micrographie, la position verticale de l'échantillon se déplace ce qui rend l'image floue. Pour refaire la mise au point il ne faut surtout pas varier l'excitation de la lentille de l'objectif, ce qui aurait pour effet de varier aussi le grossissement, mais il faut varier le déplacement vertical Z. Il faut dans ce cas tenir compte de la variation de la distance principale (paragraphe I.2.4).

La façon idéale d'éviter de déplacer l'échantillon verticalement lorsqu'il est incliné, c'est de s'assurer que l'axe d'inclinaison (c'est-à-dire l'axe autour duquel l'échantillon est incliné) soit au centre de l'image inclinée (micrographie) et qu'il soit contenu dans le plan moyen de la surface de rupture observée. Ce qui revient à dire que les points de l'image situés sur l'axe d'inclinaison demeurent toujours parfaitement au point. Dans ce cas, il ne reste plus qu'à vérifier pour la gamme des angles d'inclinaison utilisés que les points extrêmes et opposés de l'image demeurent au point, et cela peut être effectué en variant la profondeur de champ du faisceau électronique.

Les deux micrographies prises à angles différents sont observées dans un binoculaire de façon à ce que celle de gauche soit la plus inclinée et que l'axe d'inclinaison soit perpendiculaire à la ligne formée par les deux oculaires. Il est nécessaire de bien connaître la direction de l'axe d'inclinaison par rapport aux deux micrographies. Une façon simple de procéder est d'orienter l'échantillon en utilisant la rotation du porte-échantillon de façon à ce que l'axe d'inclinaison soit parallèle à la bordure horizontale du détecteur dans le MEB. Dans certains cas, il faudra en plus ajuster la rotation du faisceau électronique pour aligner l'axe d'inclinaison avec un côté de l'écran cathodique ou de la micrographie. Lors de l'observation au binoculaire si les micrographies sont inversées, la plus inclinée à droite, le relief perçu sera inversé. Pour l'évaluation du parallaxe, des micrographies inversées changeront le signe des valeurs.

I.2.2 La précision des mouvements du porte-échantillon du MEB

Avant de prendre des micrographies sur le MEB, nous avons dû faire la calibration des mouvements X, Y, Z et du mouvement d'inclinaison .

Les mouvements X et Y sont importants pour repérer à la surface d'un échantillon donné, la plage balayée par le faisceau d'électrons. Dans notre cas, les mouvements X et Y sont particulièrement importants pour permettre de faire coïncider deux plages correspondantes sur les deux surfaces opposées d'une rupture. Le mouvement Z est utilisé pour faire la mise au point de l'image après avoir incliné l'échantillon, et une variation de Z fait aussi varier la distance principale et le grossissement qui sont deux valeurs utilisées dans les équations géométriques pour déterminer la hauteur du relief. L'angle d'inclinaison est utilisé directement dans les formules géométriques.

Pour tout déplacement quel qu'il soit, nous avons établi qu'il fallait toujours se déplacer d'une valeur inférieure vers une valeur mesurée. Dans le cas où il faut aller d'une valeur supérieure vers une valeur inférieure, il faut dépasser la valuer mesurée pour revenir d'une valeur inférieure. Ceci a pour effet d'éviter l'erreur due au jeu.

Ainsi, pour le porte-échantillon de Cambridge de la série 300 que nous avons utilisé, l'erreur a été estimée à $\pm$ 5/100 mm sur la valeur lue au curseur pour les mouvements X et Y. Notons cependant que le jeu peut être aussi élevé que 1/10 mm. D'autre part l'erreur sur le mouvement Z est de $\pm$ 1/10 mm sur la valeur lue au curseur. Le jeu sur Z est d'environ 1/10 de mm.

Si les erreurs admissibles sur les mouvements linéaires X, Y et Z sont faibles et acceptables pour l'utilisation que nous en avons faite, il semble que certains porte-échantillons goniométriques puissent atteindre une précision aussi bonne que ± 1/100 mm (8). Dans notre cas, une telle précision serait fort utile pour évaluer la distortion linéaire de l'écran cathodique, ce qu'il faudrait éventuellement faire pour poursuivre le développement de cette technique.

Quant au mouvement d'inclinaison de l'échantillon, la précision est loin d'être aussi bonne que celle des mouvements linéaires. Pour mesurer l'erreur sur l'angle d'inclinaison , nous avons imaginé d'adapter un petit porte-échantillon goniométrique utilisé sur les appareils rayons X, au porte-échantillon du microscope. Chaque inclinaison de 1° au curseur du porte-échantillon du MEB était corrigée en ramenant à la position neutre la petite bulle d'air du niveau installé à l'extrémité du porte-objet goniométrique. Nous répétions ce genre de calibration au début de chaque séance.

Nous avons grossièrement évalué un jeu de l'ordre de 2.5° que nous limitions au minimum en approchant toujours la valeur mesurée par une valeur inférieure. L'erreur sur chaque lecture a été considérée comme égale à la moitié de la plus petite division du curseur, soit ± 0.5°. Pour obtenir de bonnes micrographies stéréoscopiques, il faudrait diminuer l'erreur à ± 0.1°, ce qui est possible avec certains porte-échantillons goniométriques (8).

De plus, en calibrant l'angle d'inclinaison du porte-échantillon autour de l'axe Y, vous avons remarqué que l'échantillon s'inclinait également autour de l'axe X. Ainsi, pour une inclinaison autour de Y de 0° à 15°, l'échantillon basculait dans la direction X de 2° à 4°.

Naturellement, une méthode juste pour l'évaluation de l'angle d'inclinaison devrait utiliser un monocristal et mesurer l'inclinaison des lignes de diffraction du faisceau électronique. Ceci reste encore à faire.

I.2.3 La précision du grossissement

La valeur du grossissement doit être connue avec une grande précision parce qu'elle est utilisée directement dans les équations géométriques pour déterminer la hauteur du relief.

Pour évaluer le grossissement nous avons utilisé la ligne de grossissement qui apparaît sur la micrographie. L'erreur admissible sur la longueur de cette ligne peut être considérée comme etant la moitié de la largeur d'un point sur l'écran cathodique. Sur un écran cathodique usuel, un point a une dimension de 0.1 mm (4), ce qui donne une précision de 0.05 mm. Pour chaque micrographie, nous mesurions la longueur de la ligne de grossissement à l'aide d'un microscope optique à haute précision ($\pm$ 0.02 mm). Pour vérifier que le calcul du grossissement était exact, nous avons mesuré l'espacement des lignes d'un grillage métallique ayant 400 lignes au pouce avec un microscope

optique et avec le microscope électronique à balayage. La différence mesurée par les deux microscopes était inférieure à 1% ce qui est très bon.

Selon Piazzesi (9) la source d'erreur la plus importante est celle qui est faite sur la valeur du grossissement. Comme le suggère Howell (10) une calibration adéquate du grossissement peut être faite en utilisant la distance principale, le voltage (kV) et le courant des lentilles. Sur notre microscope, il est possible de lire assez précisément le voltage d'accélération, mais une échelle très grossière donne les valeurs du courant des lentilles et de la distance principale. Éventuellement, il faudrait adapter des voltmètres digitaux au microscope pour une évaluation précise de ces valeurs.

I.2.4 Mesure et précision de la distance principale

Des équations géométriques ont été développées pour déterminer la valeur de la hauteur du relief à partir de la mesure du parallaxe (6, 9, 10, 11). Au microscope électronique à balayage il existe deux types d'équations. Pour les forts grossissements > 500 (12) ou > 1000 X (12) les équations de la projection centrale sont utilisées et dans ce cas la distance principale doit être connue précisément.

La distance principale (DP) est la distance entre le point de pivotement du faisceau électronique et un point parfaitement au point à la surface observée (Fig. 1). La distance de travail (WD) est une approximation de la DP et est habituellement donnée par le fabricant du MEB comme étant la distance entre le plan de la surface inférieure de l'objectif et la

surface observée. En réalité le point central de projection est situé quelque part entre le plan du dernier diaphragme et la surface inférieure de la dernière lentille. Pour réduire au minimum les aberrations introduites par l'objectif au cours de la déflexion du faisceau il faut idéalement que le point central de projection soit situé dans le plan du dernier diaphragme (8). Ceci est un ajustement que le technicien du microscope devrait pouvoir régler.

Il est possible de mesurer avec une assez grande précision la DP en utilisant l'une ou l'autre technique décrite par Boyde (13). Nous avons utilisé la méthode la plus simple pour déterminer la DP sur notre MEB. Elle consiste à mesurer sur l'écran cathodique la largeur du champ balayé par le faisceau pour différentes hauteurs Z de l'échantillon. Les résultats sont montrés à la figure 2. Sur la figure 2, on peut remarquer que la position du point central de projection se déplace lorsque le grossissement varie. Il faudrait discuter de ce point avec le fabricant pour savoir s'il s'agit d'un effet inhérant à la construction ou s'il est possible de fixer le point central de projection par un quelconque ajustement. Néanmoins, la position de ce point central est importante, et nous devons la déterminer le plus précisément possible.

En effet, la précision sur la mesure de la distance principale, en plus d'être liée à la position du point central de projection, est tributaire des précisions sur le mouvement Z, sur l'angle d'inclinaison et sur la position de l'axe d'inclinaison. Si les manipulations sont faites avec soin, nous croyons que l'erreur sur la mesure de la distance principale peut être aussi bonne que $\pm$ 1 mm.

Naturellement, sur une distance principale de 10 mm l'erreur relative est de 10%. D'un autre côté, une distance principale trop longue entraîne une perte de résolution.

I.2.5 Modification du porte-échantillon Cambridge Mark II Série 300

Lors de notre expérimentation, nous avons utilisé un microscope électronique à balayage Stéréoscan 250 de Cambridge qui possède en équipement standard un porte-échantillon de série 300. Ce porte-échantillon est principalement utilisé pour l'observation ordinaire. Il possède 5 degrés de liberté comparativement à un porte-échantillon de type goniométrique qui en possède 6: d'abord les 3 mouvements X, Y précis à $\pm$ 5/100 mm et Z précis à $\pm$ 1/10 mm, ce qui est acceptable pour l'utilisation que nous voulions en faire (voir section sur la précision des appareils); ensuite un mouvement de rotation de l'échantillon et un mouvement d'inclinaison de l'échantillon. Ce dernier mouvement est mû par des joints universels et des engrenages grossiers, ce qui en fait un instrument précis dans le meilleur des cas à $\pm$ 1°. Nous ne nous sommes pas attardés à la précision du mouvement de rotation de l'échantillon parce qu'il n'est pas important dans le calcul de la hauteur du relief. Notons que le porte-échantillon goniométrique possède un 6ieme mouvement qui est la rotation totale du porte-échantillon sur lui-même. Ceci permet d'orienter l'axe d'inclinaison de l'échantillon parallèlement à la bordure du détecteur et de l'écran cathodique sans aucune rotation du faisceau électronique, qui entraîne nécessairement une distorsion supplémentaire dans l'image.

De plus, de par sa conception, le porte-échantillon de la série 300 de Cambridge élève l'échantillon à observer à une hauteur de 20 mm au-dessus de l'axe d'inclinaison. Pour un échantillon d'une épaisseur de 3 mm, la surface balayée par le faisceau électronique est située à 23 mm au-dessus de l'axe d'inclinaison. Ceci revient à dire que la surface observée décrit un arc de cercle de 23 mm de rayon lorsque l'échantillon est incliné. Pour un point situé au centre de la surface balayée, une inclinaison de 0° à 10° produit un déplacement horizontal et vertical de 4 mm et de 0.35 mm respectivement. Pour une inclinaison de 10° à 20°, le déplacement horizontal et vertical est de 3.75 mm et 1.35 mm, respectivement. Puisque la profondeur de champ d'un faisceau d'électrons varie de 1 à 100 microns, il faudra dans chacun des deux cas présentés plus haut, refocaliser en utilisant le déplacement vertical Z, ce qui fera varier la distance principale et par conséquent le grossissement.

Nous avons calculé (8) pour une variation de l'angle d'inclinaison de 0° à 10° et 10° à 20° des variations du grossissement de l'ordre de 1% et 4% pour une distance principale de 40 mm et de 2% et 7%, pour une DP de 20 mm.

Pour résoudre ce problème de la hauteur de la surface observée par rapport à l'axe d'inclinaison, nous avons modifié légèrement le porte-échantillon de série 300. Avec notre nouveau design il est maintenant possible d'observer la surface d'un échantillon de 3 mm d'épaisseur à une hauteur variant de 0 à 1 mm au-dessus de l'axe d'inclinaison. Notons cependant

que le nouveau porte-échantillon a un diamètre de 20 mm et ne peut accepter des échantillons carrés de plus de 14 mm de côté. Cette modification a eu pour effet d'allonger la distance principale en augmentant la profondeur de champ au prix d'une légère perte de résolution.

I.2.6 Distorsions

Le but de notre expérimentation est de mesurer avec la plus grande précision possible les dimensions du relief d'une surface de rupture quelconque à l'aide de deux micrographies stéréoscopiques et d'un appareil comparateur. Des travaux élaborés et complets (15) ont été faits sur le comparateur qui permet d'évaluer la hauteur d'un relief à partir d'une mesure de parallaxe sur deux photographies. La technique est parfaitement au point, complètement automatisée et l'erreur admissible sur chaque mesure est connue. Cependant, le comparateur utilise deux photographies et les valeurs qu'il calcule seront d'autant plus exactes que les photographies seront fidèles à reproduire l'image vraie. Ainsi, la question se pose d'elle-même; dans quelle mesure une micrographie prise au MEB est-elle fidèle à reproduire la forme réelle d'un objet? La réponse n'est pas simple. L'image obtenue sur un MEB est le résultat d'un signal électronique capté, amplifié et filtré, et la micrographie résultante présente nécessairement de la distorsion.

Certains chercheurs ont soulevé le problème de la distorsion d'un écran cathodique sur un MEB et ils proposent quelques solutions (10,16,17). La figure 3 montre un exemple de distorsion d'un écran cathodique et les corrections apportées, tel que proposé par Howell (10). Il s'agit d'une méthode de correction point par point qui est assez simple à réaliser.

Nous n'avons pas fait la correction de la distorsion sur l'écran de notre microscope parce que cela nécessite beaucoup de temps et d'efforts. Cependant, nous avons pris quelques micrographies pour nous donner une idée de la distorsion de l'écran. Nous avons placé un quadrillage concentrique entre l'écran et l'appareil photo et nous avons pris quelques micrographies d'un grillage métallique de précision. La figure 4 montre qualitativement une assez bonne précision, sans trop de distorsion.

Bien que nous n'ayons pas mesuré avec exactitude la distorsion de l'écran cathodique du microscope, nous pouvons néanmoins obtenir des résultats valables. En effet, selon les travaux de Howell (10), le centre de l'écran cathodique présente moins de distorsion que les bords, principalement à cause de la discontinuité des bords. Ainsi, en limitant la prise de nos mesures au centre de la micrographie, nous minimisons l'erreur due à la distorsion. Même si l'erreur est fréquemment linéaire au-dessus de 10% sur un écran cathodique, ceci n'implique pas qu'une erreur de 10% sera nécessairement commise sur la mesure de la hauteur du relief, puisque la mesure du parallaxe est une mesure relative à partir de deux micrographies (8).

De plus, une source de distorsion très importante peut provenir de la pellicule photographique. Un changement de température et d'humidité peut dilater la pellicule. Dans notre cas, nous avons travaillé directement sur le plastique du négatif. En effet le plastique est moins sensible à la température et à l'humidité, et il suffit de faire attention à prendre la photo et à mesurer la valeur du parallaxe au comparateur dans un environnement à température et humidité constantes. Il en va de même pour la conservation des pellicules photographiques en vue d'une utilisation future. Pour être absolument rigoureux, il est possible d'obtenir un type de pellicule photographique présentant une altération minimale de sa longueur lors du développement à la température de la pièce.

SECTION II

II.1 Mesures expérimentales

Le but de la manipulation était de développer une procédure de façon à déterminer le plus exactement possible plusieurs profils, dans une direction parallèle à la direction de propagation de la fissure.

Une première application de cette méthode devrait permettre de déterminer la valeur du CTOD (longueur de la zone d'étirement) à partir de profils correspondants sur chacune des deux surfaces opposées de la rupture. Par la suite, des paramètres de rugosité du relief pourraient être déterminés à partir de ces profils. Eventuellement, une série de plusieurs profils très près les uns des autres pourrait permettre de reconstruire la surface de rupture sur ordinateur, tracer les lignes de niveau, calculer le volume total déformé lors de la rupture ou encore la surface totale créée, etc...

Pour notre manipulation, nous avons utilisé deux aciers, le premier dénoté acier A ayant une faible concentration de sulfures et le second, acier D, une plus grande concentration de sulfures (18). Plusieurs essais pour mesurer l'intégrale J ont été faits à différentes températures (19). Pour ces températures, les surfaces de rupture varient de complètement fragile à complètement ductile.

Pour commencer, nous avons pris plusieurs paires de micrographies stéréoscopiques sur six paires de surface de rupture de l'acier D, à six différentes températures d'essai. Tous les échantillons ont été nettoyés aux ultrasons dans l'alcool avant d'être introduits dans le MEB. Les échantillons étaient placés de façon à ce que la zone d'étirement apparaisse plus longue lorsque l'angle d'inclinaison augmente. Les positions X et Y de la plage observée sur chaque

surface de rupture étaient déterminées le plus exactement possible et de façon à ce que la plage correspondante puisse être repérée sur la surface de rupture opposée. Avant de prendre la micrographie, le centre de la plage balayée par le faisceau électronique était déterminé en contaminant la surface de l'échantillon à très fort grossissement. Deux micrographies stéréoscopiques pour des angles d'inclinaison de 5° et 15° étaient prises pour chaque plage observée.

Les paramètres suivants étaient notés pour chaque micrographie: la position des mouvements X, Y et Z du porte-échantillon (habituellement = 15 mm), l'angle d'inclinaison , le grossissement (M) mesuré sur la micrographie et celui lu sur le microscope, la distance de travail (WD) lue sur le microscope et la distance principale (DP) estimée sur le graphique (figure 2). Eventuellement, il serait nécessaire de mesurer exactement avec des appareils digitaux, la distance de travail, le grossissement et le voltage d'excitation des lentilles C1, C2 et C3.

Par la suite, les micrographies stéréoscopiques étaient montées sur le comparateur pour la mesure du parallaxe. Mentionnons tout d'abord que nous avons utilisé le comparateur entièrement manuel du Conseil National de la Recherche du Canada au département physique (15). Ce comparateur était branché sur un appareil digital permettant de lire au centième de millimètre près les déplacements X, Y et les parallaxes X et Y. Eventuellement cet appareil digital pourrait permettre d'enregistrer directement sur bandes magnétiques les valeurs X, Y, Par X et Par Y, moyennant quelques frais de remise en opération (environ $5000). Les négatifs des micrographies étaient utilisés directement sur le comparateur. Selon les normes internationales établies en stéréoscopie, la micrographie la moins inclinée est placée à gauche et la plus inclinée à droite, l'axe d'inclinaison perpendiculaire à la

ligne formée par les deux oculaires ce qui fait voir le relief renversé. Une fois les deux micrographies installées sur les deux plateaux tournants du comparateur, les deux image planes sont fusionnées pour former l'images en 3D. Alors le parallaxe en Y est éliminé en un point opposé à l'extrême gauche des micrographies en utilisant cette fois-ci la rotation du plateau de gauche. Dans le cas d'une paire de micrographies parfaites et sans trop de distorsion, la valeur du parallaxe Y devrait théoriquement être nulle en tous points des micrographies.

Au comparateur, un point apparaît dans chaque oculaire, lorsque l'image en 3D est bien fusionnée, le parallaxe est nul lorsque les deux points sont superposés et semblent toucher la surface. Puisque la mesure du parallaxe est toujours relative nous avons établi le point de référence du parallaxe (de coordonnées X et Y égales à zéro) au centre géométrique des micrographies déterminé par contamination à très fort grossissement. A partir de ce point de référence zéro, nous avons enregistré manuellement vingt et un points de trois coordonnées X, Y et par X par profil. Pour un même profil, la valeur Y était maintenue constante et la valeur du parallaxe X était mesurée pour chaque augmentation fixe de X.La valeur des coordonnées Y était déterminée de façon à faire correspondre deux profils provenant des deux surfaces opposées de la rupture. De cette façon, les profils numérotés 1, 2, 3 sur la surface numéro 1 correspondent dans l'ordre aux profils 3, 2, 1 sur la surface opposée numéro 2. Cette procédure permet de déterminer la valeur d'ouverture en fond de fissure (CTOD) par la mesure de la longueur des zones d'étirement opposées (20,21).

Les coordonnées X, Y et Par X étaient ensuite enregistrés sur disques magnétiques et en utilisant les équations géométriques, les valeurs de la hauteur du relief était déterminées. Ces équations géométriques ont été dérivées pour deux cas spécifiques; le premier considère la projection centrale et est utilisé lorsque le grossissement est $\leq$ 500X (fig. 5), et le second considère la projection parallèle (22) comme si la source du faisceau électronique était à l'infini et est utilisé pour un grossissement > 500X (fig. 6).

Les équations, pour une projection centrale (figure 5) sont les suivantes (9,10,12,13):

$$MZ_L = \frac{(MD)^2[x_L(\cos\alpha-1)+p] - MD(x_L^2-x_Lp)\sin\alpha}{[(MD)^2+(x_L^2-x_Lp)]\sin\alpha + MD\ p\cos\alpha}$$

$$MX_L = \frac{n_L\ (MD - MZ_L)}{MD}$$

$$MY_L = \frac{y_L\ (MD - MZ_L)}{MD}$$

Ou, dans la cas de la projection parallèle:

$$MZ_L = \frac{x_L\ (\cos\alpha -1) + p}{\sin}$$

$MX_L = x_L$; lu au comparateur

$MY_L = y_L = y_R$; constant pour la mesure du profil.

L'indice L pour "left" indique que les équations ont été dérivées en considérant le plan de la micrographie de gauche comme plan de référence. Des équations ont été dérivées en considérant le plan de la micrographie de droite ou le plan moyen entre les deux micrographies comme plan de référence (14,12).

X_L, Y_L et Z_L, sont les coordonnées des points du profil Z étant la hauteur du relief.

x_L et y_L, sont les positions des déplacements X et Y sur le comparateur

p, est la mesure du parallaxe X lue sur le comparateur

α, est la différence de l'angle d'inclinaison entre les deux micrographies

M, est le grossissement mesuré sur la micrographie

D, est la distance principale évaluée sur le graphique (section I)

Nous avons élaboré un programme qui calcule les coordonnées X, Y et Z selon une projection centrale ou en parallèle et certains résultats sont montrés au Tableau I.

II.2 Résultats

Nous avons obtenu les coordonnées X, Y et Z de six profils sur six paires de surface de rupture. Les coordonnées enregistrées sur ordinateur ont permis de tracer les profils

un à un en deux dimensions X et Z et par groupe de trois pour donner une vue en 3-dimensions. Les profils types en 2D et 3D pour les deux surfaces opposées de la rupture de l'échantillon D39, cassé à une température de -40°C sont présentés aux figures 7 à 9. Sur ces figures, l'avancée de la fissure se fit de droite à gauche et ceci résulte de la position de l'échantillon par rapport au détecteur et au porte-échantillon du microscope. L'échantillon était toujours placé dans le microscope à balayage de façon à percevoir un allongement de la zone d'étirement lorsque l'angle d'inclinaison était augmenté.

Les profils #1, 2, 3 sur la surface de rupture #1 correspondent dans l'ordre aux profils #3, 2 1 de la surface opposée #2. Les profils qui correspondent un à un ont été tracés en 2D et sont présentés pour l'échantillon D39 aux figures 10 à 12.

Pour toutes ces figures, les valeurs des axes sont relatives au point de référence zéro fixé lors de la prise des mesures au comparateur. La hauteur et la longueur du profil sont exactes sur les graphiques. Dans le cas des graphiques en 3-dimensions, l'aspect du relief n'est pas celui qui est perçu directement à la surface de l'éprouvette, mais correspond à une surface dilatée dans le sens de la largeur. Il est possible d'obtenir une représentation graphique du relief plus fidèle à son aspect réel en manipulant les rapports de la longueur des axes.

Nous avons comparé l'allure de nos profils avec quelques profils obtenus par d'autres méthodes (21,23) et aussi par une méthode similaire (24). A première vue, les profils opposés tels que nous les avons tracés ne correspondent pas rigoureusement l'un à l'autre. Mais, les profils présentés par

Robinson et al (23) et Fields et al.(21) ont une plus ou moins grande correspondance et ceci peut-être dû à l'annulation de la déformation élastique à la surface de rupture. Dans notre cas, la non-correspondance peut être attribuée en grande partie à la précision avec laquelle la position des profils opposés a été repérée. Sur ce dernier point, il reste encore à perfectionner la technique afin de réduire au minimum l'erreur sur la position des profils à la surface de rupture.

Quant aux profils déterminés par Krasowsky et al (24), ils ne sont pas plus précis et ne donnent pas plus d'informations que les nôtres. Leur technique est essentiellement la même que la nôtre, mais elle est entièrement manuelle et est appliquée à un plus petit nombre de points par profil. Leur but était d'ailleurs de travailler exclusivement sur la zone d'étirement, tandis que nous prévoyons étendre notre technique à la surface de rupture proprement dite.

Nous avons mesuré à partir des profils correspondants la valeur du CTOD, comme Robinson et al. proposent de le faire (23), pour les six éprouvettes que nous avons analysées. En utilisant les valeurs de l'intégrale J correspondantes, nous avons calculé la valeur du paramètre m dans l'équation;

$$J = m \sigma_m \, CTOD$$

où σ_m est la valeur de la contrainte d'écoulement. Les valeurs calculées de ces paramètres sont présentées au tableau 11.

Le paramètre m pour l'acier D a été estimé par Faucher (19) entre 1.5 et 2.0. Notre estimation fait varier m de 1.3 à 2.2. Considérant les erreurs que nous avons décrites, il semble que pour un premier essai, les résultats soient très satisfaisants.

Naturellement en automatisant la technique (ce qui est faisable à EMR grâce à l'équipement disponible) nous pourrions obtenir un nombre considérable de points par profil et de profils par surface de rupture ce qui permettrait de faire une analyse statistique précise de la surface de rupture. Par exemple, la valeur de l'intégrale J est une valeur globale de la rupture et un grand nombre de profils pourrait donner avec plus de précision la valeur moyenne du CTOD.

CONCLUSION

La technique de la mesure du relief de surfaces non-planes n'est pas encore parfaitement au point. La principale source de problèmes survient lors de la prise des micrographies au microscope électronique à balayage. Avec la collaboration d'un constructeur intéressé, ces problèmes pourraient être réglés assez facilement.

Pour l'instant nous devons admettre que nous n'avons pas fait la preuve que cette technique soit absolument sans reproche. Cependant, nos travaux permettent de démontrer la faisabilité du projet, particulièrement de montrer qu'il est possible à partir d'un stéréo-comparateur de faire des mesures du relief sur une surface de rupture ductile. Eventuellement, l'utilisation d'un stéréo-comparateur semi-automatique, c'est-à-dire assisté d'un ordinateur dirigé par un opérateur, permettrait de prendre un très grand nombre de points sur la surface de rupture et donc d'obtenir des paramètres statistiquement valable.

On doit de plus admettre que le développement de la technique peut être long et nécessiter beaucoup de raffinement de la part de l'opérateur. Cette technique ouvre cependant un champ d'activité intéressant et peut s'avérer un

outil de travail extrêmement puissant dans un avenir rapproché.

REMERCIEMENTS

Je dois remercier CANMET/EMR qui a proposé le sujet et qui l'a soutenu techniquement et financièrement, de même que le CNRC qui a permis l'utilisation du stéréo-comparateur.

J'ai apprécié l'étroite direction du Dr. Rod Packwood sur mes travaux.

Que le Dr. Bernard Faucher trouve ici l'expression de ma gratitude pour ses encouragements constants et ses discussions fructueuses.

Je tiens à remercier Dr. Jacksie et Dr. Kratky du CNRC pour leur collaboration et leur assistance au stéréo-comparateur.

Je tiens à souligner que j'ai apprécié grandement la franche camaraderie de tout le personnel de CANMET.

RÉFÉRENCES

1. J.R. Rice et M.A. Johnson, dans "Inelastic Behaviour of Solids", ed. M.F. Kanninen et al, McGraw Hill, 1970, pp. 641-670.
2. S.M. El-Soudani, Metallography, 11, 1978, pp. 247-336.
3. S.M. El-Soudani, Metallography, 7, 1974, pp. 271-311.
4. J.I. Goldstein et H. Yakowitz, Practical Scanning Electron Microscopy, Plenum, 1975.
5. A. Boyde, Scan. Elect. Micr. (Proc. Symp.), IIT Res. Inst., Chicago, 1979, Part II, pp. 67-68.
6. P.G.T. Howell and A. Boyde, Scan. Elect. Micr. (Proc. Symp.), ITT Res. Inst., Chicago, 1972, pp. 233-240.
7. A. Boyde, Scan. Elect. Micr. (Proc. Symp.), ITT Res. Inst., Chicago, 1974, pp. 93-100.
8. P.G.T. Howell, Scan. Elect. Micr. (Proc. Symp.), ITT Res. Inst., Chicago, 1975, pp. 199-206.
9. G. Piazzesi, J. Physics (E) 6, 1973, p. 392.
10. P.G.T. Howell, Scanning, Int. J. Scan. Elect. Micro. and Related Met., 1, 1978, pp. 230-232.
11. J.E. Hilliard, J. of Micros., 95, 1, 1972, pp. 45-58.
12. P.G.T. Howell, Scan. Elect. Micr. (Proc. Supp.), JTT Res. Inst., Chicago, 1975, pp. 697-706.
13. A. Boyde, J. of Micros., 98, 3, 1973, pp. 452-471.
14. A. Boyde, J. of Micros., 105, 1, 1975, pp. 97-105.
15. Consultation personnelle avec Dr. V. Kratky du CNRC.
16. D.F. Maune, Scan. Elect. Micro. 1, 1975 pp. 207-216.
17. S.K. Ghosh, in Proc. Biostereometrics 74, Symp.Int.Soc. Photogrammetry, 1974, pp. 493-522.
18. R.F. Knight, Report MRP/PMRL 83-15(TR).
19. B. Faucher, Report MRP/PMRL 84-42(TR).
20. Y. Kasai et N. Uehara, Fracture Toughness and the Stretched Zone of Ultra High Strength Steels, in "Fracture Mechanisms of Ductile and Tough Materials", Martinus Nijhoff Publisher, 1981.

21. B.A. Fields and K.J. Miller, Eng. Fract. Mech. 9, 1977, pp. 137-146.
22. V. Kratky, Symp. on Close Range Photogrammetric Systems (American Society of Photogrammetry), 1975, pp. 477.
23. J.N. Robinson et A.S. Tetelman, ASTM-STP 559, 1974, pp. 139-158.
24. A.J. Krasowsky and V.A. Vainstok, Int. J. of Fract., 17, 6, 1981, pp. 579-592.

Tableau I. Résultat des calculs de la hauteur du relief Z pour un profil a la surface de l'échantillon D37, no. 1. Z à été calculé en projection centrale.

ECHANTILLON D37 NO1

GROSS	ALPHA	D (MM)	WD (MM)
45.500	10.000	52.600	44.000

XL	YL	PARX	PARY	MZ	XLV(MM)	YLV(MM)	Z(MM)
-5.000	-2.000	-.115	0.000	-.235	-.110	-.044	-.005
-4.500	-2.000	-.188	0.000	-.697	-.099	-.044	-.015
-4.000	-2.000	-.180	0.000	-.693	-.088	-.044	-.015
-3.500	-2.000	-.229	0.000	-1.018	-.077	-.044	-.022
-3.000	-2.000	-.236	0.000	-1.101	-.066	-.044	-.024
-2.500	-2.000	-.263	0.000	-1.299	-.055	-.044	-.029
-2.000	-2.000	-.253	0.000	-1.284	-.044	-.044	-.028
-1.500	-2.000	-.312	0.000	-1.667	-.033	-.044	-.037
-1.000	-2.000	-.343	0.000	-1.890	-.022	-.044	-.042
-.500	-2.000	-.387	0.000	-2.187	-.011	-.044	-.048
0.000	-2.000	-.394	0.000	-2.271	0.000	-.044	-.050
.500	-2.000	-.443	0.000	-2.598	.011	-.044	-.057
1.000	-2.000	-.479	0.000	-2.850	.022	-.044	-.063
1.500	-2.000	-.514	0.000	-3.096	.033	-.044	-.068
2.000	-2.000	-.470	0.000	-2.887	.044	-.044	-.063
2.500	-2.000	-.430	0.000	-2.701	.055	-.044	-.059
3.000	-2.000	-.468	0.000	-2.965	.066	-.044	-.065
3.500	-2.000	-.395	0.000	-2.589	.077	-.044	-.057
4.000	-2.000	-.404	0.000	-2.686	.088	-.044	-.059
4.500	-2.000	-.400	0.000	-2.709	.099	-.044	-.060
5.000	-2.000	-.357	0.000	-2.507	.110	-.044	-.055
-5.000	0.000	-.482	0.000	-2.350	-.110	0.000	-.052
-4.500	0.000	-.415	0.000	-2.006	-.099	0.000	-.044
-4.000	0.000	-.294	0.000	-1.350	-.088	0.000	-.030
-3.500	0.000	-.202	0.000	-.862	-.077	0.000	-.019
-3.000	0.000	-.154	0.000	-.628	-.066	0.000	-.014
-2.500	0.000	-.194	0.000	-.901	-.055	0.000	-.020
-2.000	0.000	-.205	0.000	-1.008	-.044	0.000	-.022
-1.500	0.000	-.150	0.000	-.734	-.033	0.000	-.016
-1.000	0.000	-.130	0.000	-.662	-.022	0.000	-.015
-.500	0.000	-.277	0.000	-1.553	-.011	0.000	-.034
0.000	0.000	-.323	0.000	-1.862	0.000	0.000	-.041
.500	0.000	-.375	0.000	-2.205	.011	0.000	-.048
1.000	0.000	-.457	0.000	-2.723	.022	0.000	-.060
1.500	0.000	-.463	0.000	-2.802	.033	0.000	-.062
2.000	0.000	-.445	0.000	-2.743	.044	0.000	-.060
2.500	0.000	-.492	0.000	-3.059	.055	0.000	-.067
3.000	0.000	-.449	0.000	-2.856	.066	0.000	-.063
3.500	0.000	-.395	0.000	-2.589	.077	0.000	-.057
4.000	0.000	-.320	0.000	-2.202	.088	0.000	-.048
4.500	0.000	-.272	0.000	-1.970	.099	0.000	-.043
5.000	0.000	-.287	0.000	-2.103	.110	0.000	-.046
-5.000	2.000	-.318	0.000	-1.405	-.110	.044	-.031
-4.500	2.000	-.323	0.000	-1.475	-.099	.044	-.032
-4.000	2.000	-.306	0.000	-1.419	-.088	.044	-.031
-3.500	2.000	-.227	0.000	-1.006	-.077	.044	-.022
-3.000	2.000	-.151	0.000	-.611	-.066	.044	-.013
-2.500	2.000	-.075	0.000	-.216	-.055	.044	-.009
-2.000	2.000	-.126	0.000	-.552	-.044	.044	-.012
-1.500	2.000	-.102	0.000	-.457	-.033	.044	-.010
-1.000	2.000	-.080	0.000	-.374	-.022	.044	-.008
-.500	2.000	-.190	0.000	-1.051	-.011	.044	-.023
0.000	2.000	-.207	0.000	-1.193	0.000	.044	-.026
.500	2.000	-.280	0.000	-1.657	.011	.044	-.036
1.000	2.000	-.348	0.000	-2.094	.022	.044	-.046
1.500	2.000	-.368	0.000	-2.254	.033	.044	-.050
2.000	2.000	-.372	0.000	-2.321	.044	.044	-.051
2.500	2.000	-.410	0.000	-2.585	.055	.044	-.057
3.000	2.000	-.430	0.000	-2.746	.066	.044	-.060
3.500	2.000	-.455	0.000	-2.935	.077	.044	-.065
4.000	2.000	-.389	0.000	-2.600	.088	.044	-.057
4.500	2.000	-.252	0.000	-1.855	.099	.044	-.041
5.000	2.000	-.203	0.000	-1.618	.110	.044	-.038

Tableau II Estimation du paramètre m par l'équation $J = m\sigma_m$ CTOD. Valeurs de J, m données par Faucher (19).

Échantillon #	Temp. °C	J (kJ/m^2)	Contrainte d'écoulement (MPa)	CTOD (mm)	m
D27	-70	49	805	0.029	2.1
D28	-60	86	785	0.049	2.2
D3	-60	61	785	0.055	1.4
D37	-45	86	755	0.060	1.9
D39	-40	69	745	0.075	1.3
D7	-30	97	730	0.069	1.9

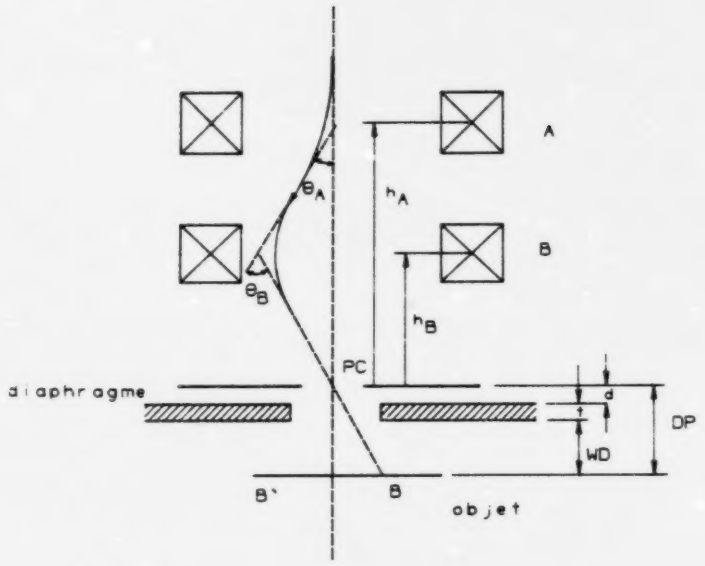

Fig. 1. Schéma représentant la position du point central (PC) de projection dans le MEB. (neg 11726)

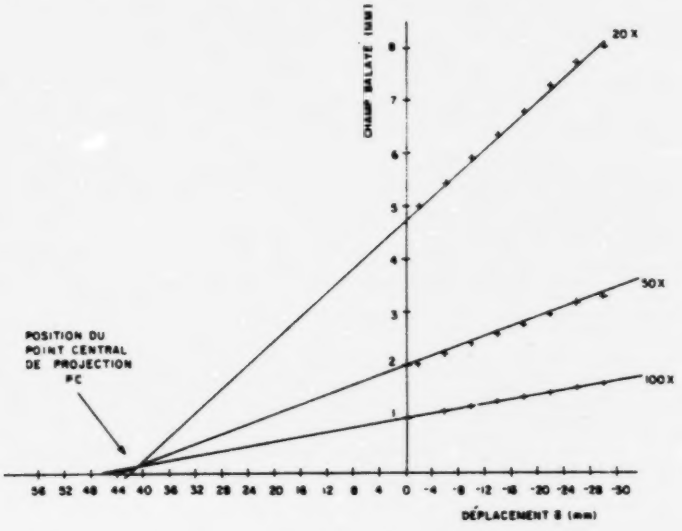

Fig. 2. Estimation de la distance principale par la méthode de Boyde (11). (neg 11724)

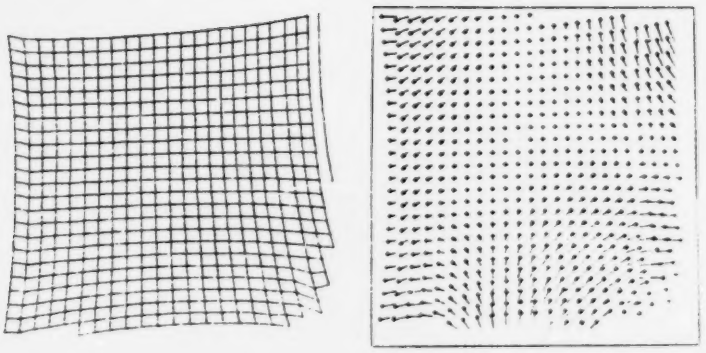

Fig. 3. Distorsion électronique d'un écran cathodique et corrections faites point par point (5). (neg 11725)

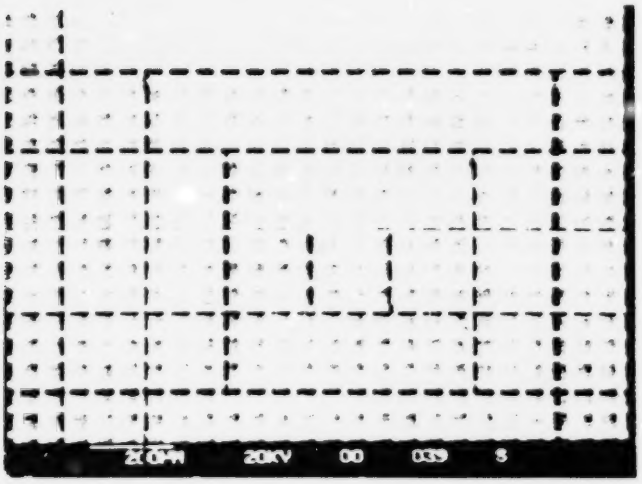

Fig. 4. Grossissement 65X, DP = 32 mm. Côté d'un carré; selon le manufacturier = 0.064 mm; mesuré sur une micrographie = 0.058 mm. (neg 11727)

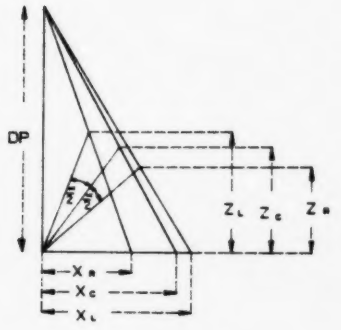

Fig. 5. Schéma de la projection centrale. (neg 11722)

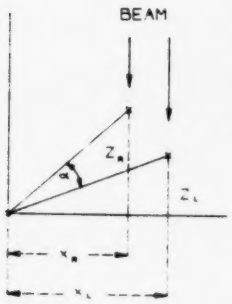

Fig. 6. Schéma de la projection parallèle. (neg 11722)

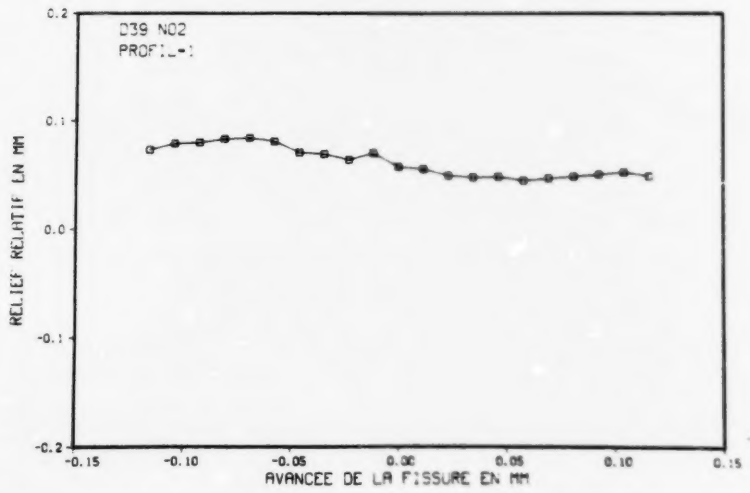

Fig. 7. Profil type de l'avancée de la fissure. (neg 11717)

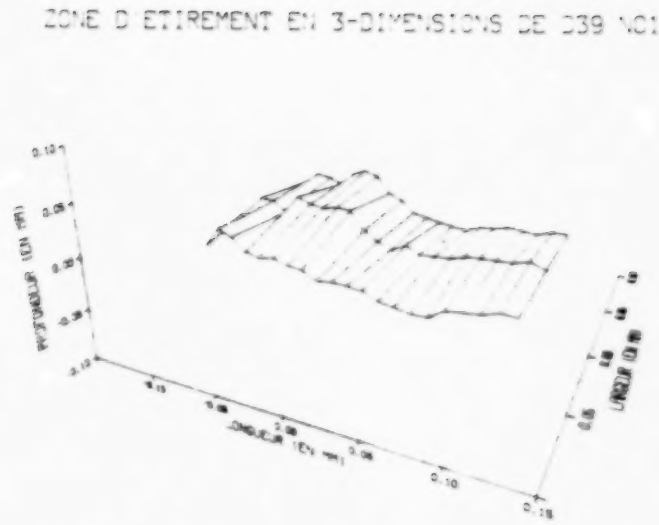

Fig. 8. Zone d'étirement en trois dimensions sur la surface no. 1 de l'échantillon D39. (neg 11718)

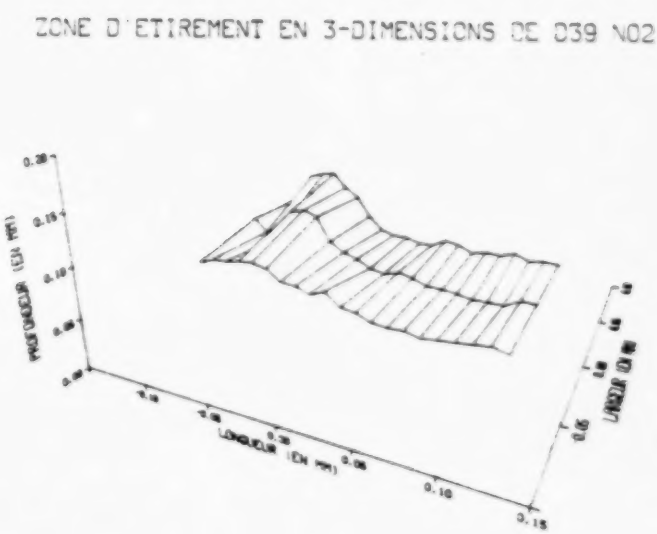

Fig. 9. Zone d'étirement en trois dimensions sur la surface no. 2 de l'échantillon D39. (neg 11721)

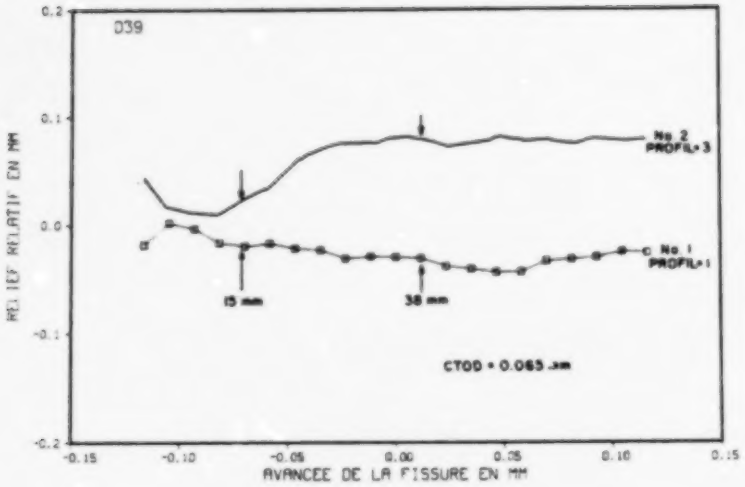

Fig. 10. Evaluation du CTOD à l'aide de profils correspondants. (neg 11720)

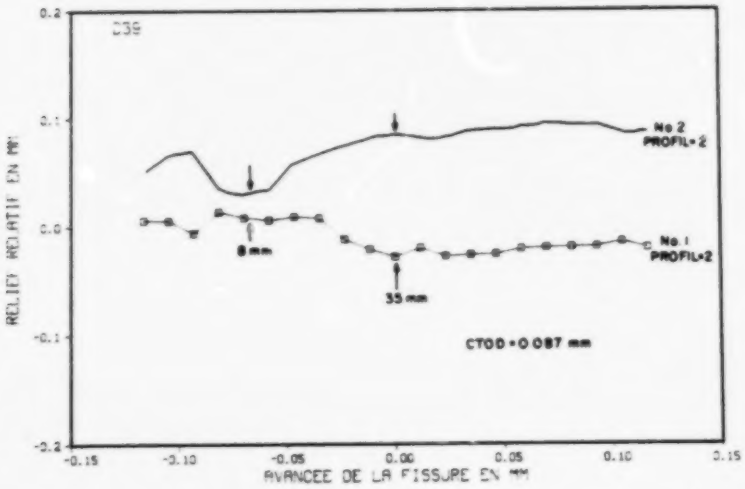

Fig. 11. Evaluation du CTOD à l'aide de profils correspondants. (neg 11723)

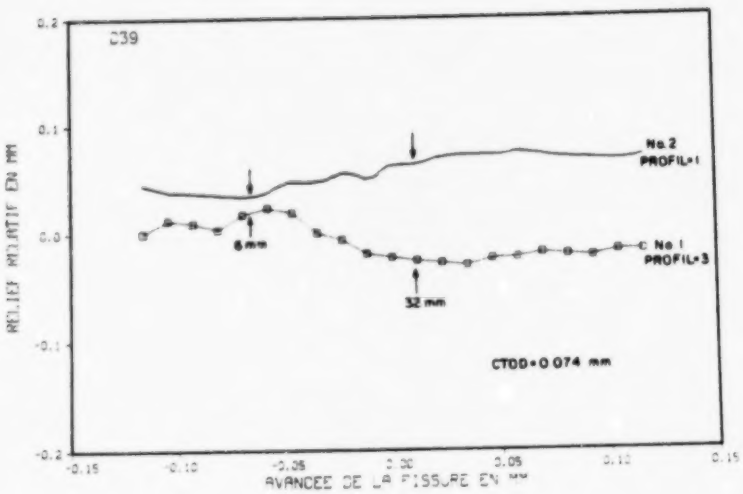

Fig. 12. Evaluation du CTOD à l'aide de profils correspondants. (neg 11719)

POOR
QUALITY
ORIGINAL